



**You have downloaded a document from  
RE-BUS  
repository of the University of Silesia in Katowice**

**Title:** Właściwości tribologiczne warstwy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  modyfikowanej dwusiarczkiem wolframu we współpracy z tworzywem PEEK/BG

**Author:** Joanna Korzekwa, Władysław Skoneczny

**Citation style:** Korzekwa Joanna, Skoneczny Władysław. (2009).  
Właściwości tribologiczne warstwy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  modyfikowanej dwusiarczkiem wolframu we współpracy z tworzywem PEEK/BG. "Tribologia" (Nr 4 (2009), s. 79-88).



Uznanie autorstwa - Na tych samych warunkach - Licencja ta pozwala na kopiowanie, zmienianie, rozprowadzanie, przedstawianie i wykonywanie utworu tak długo, jak tylko na utwory zależne będzie udzielana taka sama licencja.



UNIWERSYTET ŚLĄSKI  
W KATOWICACH



Biblioteka  
Uniwersytetu Śląskiego



Ministerstwo Nauki  
i Szkolnictwa Wyższego

Joanna KORZEKWA\*, Władysław SKONECZNY\*

**WŁAŚCIWOŚCI TRIBOLOGICZNE WARSTWY  
AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> MODYFIKOWANEJ DWUSIARCZKIEM  
WOLFRAMU WE WSPÓŁPRACY Z TWORZYWEM  
PEEK/BG**

**TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF THE AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> LAYER  
MODIFIED BY TUNGSTEN DISULFIDE IN COOPERATION  
WITH PEEK/BG MATERIAL**

**Słowa kluczowe:**

właściwości tribologiczne, powłoka tlenkowa, dwusiarczek wolframu

**Key-words:**

tribological properties, oxide coating, tungsten disulfide

**Streszczenie**

Praca poświęcona jest badaniom zużycia tribologicznego warstw Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> modyfikowanych dwusiarczkiem wolframu w skojarzeniu z tworzywem PEEK/BG. Wyniki badań tribologicznych obejmują pomiary oporów ruchu (określenie współczynnika tarcia ww. węzła), przeprowadzone na maszynie badawczej T-17. W pracy przedstawiono również analizę po-

---

\* Uniwersytet Śląski, Katedra Materiałoznawstwa, 41-200 Sosnowiec, ul. Śnieżna 2,  
e-mail: joanna.korzekwa@us.edu.pl

miarów stereometrycznych, wykonanych przed i po teście tribologicznym. W ramach badań tribologicznych w pracy przedstawiono również wyniki zużycia tworzywa PEEK/BG przeprowadzone metodą wagową. Otrzymane wyniki potwierdzają możliwość polepszenia właściwości tribologicznych skojarzenia ślizgowego  $\text{Al}_2\text{O}_3$  – PEEK/BG poprzez wprowadzenie proszku  $\text{WS}_2$  do elektrolitu.

## WPROWADZENIE

Dwusiarczek wolframu ( $\text{WS}_2$ ), podobnie jak  $\text{MoS}_2$  lub grafit, należy do grupy smarów stałych. Materiały te, dzięki swojej warstwowej budowie oraz działającym między warstwami słabym siłom Van der Waalsa, mają niski współczynnik tarcia i dobre właściwości smarowe. Cechy te wysoko cenione są w skojarzeniach ślizgowych tarcia technicznie suchego. Dzięki możliwości zastosowania  $\text{WS}_2$  w szerokim zakresie temperatur oraz pod wysokim ciśnieniem (w próżni do  $1316^\circ\text{C}$ ) jest jednym ze smarów stałych, które można wykorzystać do zmniejszenia współczynnika tarcia w elementach współpracujących ślizgowo [L. 1, 2].

Zważywszy na szerokie spektrum możliwości zastosowania dwusiarczku wolframu o właściwościach smarowych (np.: części silników samochodowych, niektóre komponenty samolotów, cylindry siłowników), celowym wydaje się szukanie dróg modyfikowania powierzchni metali poprzez zastosowanie różnych warunków naniesienia  $\text{WS}_2$ .

Celem autorów niniejszego artykułu było sprawdzenie, w jaki sposób dodatek proszku  $\text{WS}_2$  do elektrolitu (10, 20 i 30 g/l), wpłynie na właściwości tribologiczne nowo wytworzonej warstwy  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  w skojarzeniu z PEEK/BG. Podjęto analizę wpływu zawartości proszku  $\text{WS}_2$  w elektrolicie na wartości współczynnika tarcia oraz na wartości zużycia partnera tribologicznego – PEEK/BG, a także analizę stereometryczną 3D struktury geometrycznej powierzchni przeciwpróbek  $\text{Al}_2\text{O}_3$  oraz  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$ .

## MATERIAŁ BADAŃ

Materiał badań stanowiła para trąca warstwy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  i  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  z tworzywem sztucznym PEEK/BG.

Czysta warstwa  $\text{Al}_2\text{O}_3$  otrzymana została metodą anodowania twardego stopu aluminium (EN – AW – 5251) w elektrolicie kwasów: siarkowego, szczawiowego i ftalowego [L. 3, 4]. Warstwy  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  otrzymane

zostały poprzez dodanie, do czystego elektrolitu, 10, 20 oraz 30 g proszku  $WS_2$  na litr elektrolitu (Aldrich - Sigma, wielkość ziarna  $< 2 \mu m$ ). Proces anodowania twardego przeprowadzono dla stałej wartości ładunku elektrycznego  $180 A \cdot m$ , przy gęstość prądu  $3 A/dm^2$ , w stałej temperaturze  $303 K \pm 1 K$ . Przeciwpółka miała kształt prostopadłościanu o powierzchni  $1 cm^2$ . Oznaczenia przeciwpółek przedstawiono w **Tabeli 1**.

**Tabela 1. Oznaczenia przeciwpółek**

Table 1. Designation of the counter-specimen

Nazwa	Zawartość $WS_2$ w elektrolicie [g/l]
1A	0
1B	10
1C	20
1D	30

Próbkę parę trącej stanowił trzpień o średnicy 9 mm z tworzywa PEEK/BG firmy Erta. PEEK/BG jest liniowym polimerem aromatycznym polieteroeteroketonu z dodatkiem PTFE, grafitu i włókien węglowych. PEEK/BG swojej budowie zawdzięcza wysoką wytrzymałość mechaniczną, sztywność, twardość w wysokiej temperaturze oraz dobrą odporność na ścieranie i pełzanie [L. 5]. Dzięki tym cechom jest stosowany jako partner tribologiczny w skojarzeniach tarcia technicznie suchego [L. 6].

## METODYKA BADAŃ

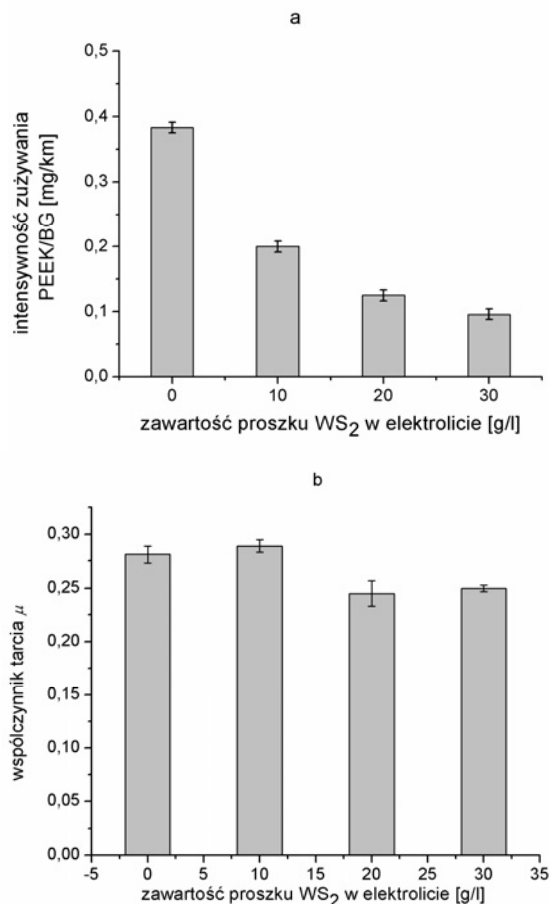
Badania tribologiczne przeprowadzono na stanowisku testera T17 o ruchu posuwisto-zwrotnym, typu trzpień-płytkę, w warunkach tarcia technicznie suchego. Test tribologiczny składał się z 4 etapów po 1500 m (docierania + 3 testy zasadnicze). Testy wykonano w temperaturze pokojowej, przy wilgotności powietrza  $30 \pm 5\%$ , stosując nacisk  $0,5 MPa$ , przy średniej prędkości tarcia  $0,2 m/s$ . Badania tribologiczne przeprowadzono dla dwóch przeciwpółek każdego składu. Zużycie próbki PEEK/BG mierzono za pomocą wagi analitycznej. Pomiar siły tarcia wykonano testem analogowo-cyfrowym Spider 8.

Badania powierzchni powłok tlenkowych wykonano metodą 3D za pomocą profilografometru stykowego Talysurf 3D Taylor Hobson. Maksymalny błąd pomiarowy podawany przez producenta wynosi 2% lub 2 nm. Wyniki pomiarów powierzchni, przed i po teście tarcia, opracowa-

no za pomocą oprogramowania Talymap Universal 3D. Analizę przeprowadzono dla pola 2 mm x 2 mm. Morfologię otrzymanych powłok badano również za pomocą mikroskopu skaningowego Philips XL30.

## WYNIKI BADAŃ

Na **Rys. 1a** przedstawiono intensywność zużycia tworzywa PEEK/BG po współpracy tribologicznej z warstwami  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  oraz na **Rys. 1b** wartości współczynnika tarcia dla badanych skojarzeń ślizgowych.



**Rys. 1. a) Wykres zależności intensywności zużycia tworzywa PEEK/BG od ilości domieszki proszku  $\text{WS}_2$  oraz b) wartości współczynnika tarcia dla badanych skojarzeń ślizgowych**

Fig. 1. a) Diagram of wear intensity of the PEEK/BG material as a function of  $\text{WS}_2$  powder admixture amount and b) values of the friction coefficient

Z przedstawionych danych wynika, że wraz ze wzrostem zawartości proszku  $WS_2$  w elektrolicie zmniejsza się intensywność zużywania tworzywa PEEK/BG. Wartości współczynnika tarcia, dla badanych skojarzeń bezsmarowych wynosiły odpowiednio:  $\mu = 0,28$  dla 1A,  $\mu = 0,29$  dla 1B,  $\mu = 0,24$  dla 1C oraz  $\mu = 0,25$  dla 1D. Biorąc pod uwagę wartości odchylenia standardowego, przedstawione na wykresach (**Rys. 1 a i b**), można stwierdzić, że większa zawartość domieszki  $WS_2$  (20 i 30 g/l) wpływa korzystnie na zmniejszenie współczynnika tarcia.

W **Tabeli 2** zamieszczono wartości wybranych parametrów amplitudowych struktury geometrycznej powierzchni przeciwpróbek przed współpracą tribologiczną, a w **Tabeli 3** po współpracy tribologicznej. W większości przypadków naniesienie tworzywa PEEK/BG spowodowało korzystne zmiany wartości parametrów amplitudowych SGP. Na **Rys. 2** przedstawiono obraz SEM przeciwpróbki 1D z naniesionym materiałem PEEK/BG.

**Tabela 2. Parametry amplitudowe struktury geometrycznej powierzchni przeciwpróbek przed współpracą tribologiczną**

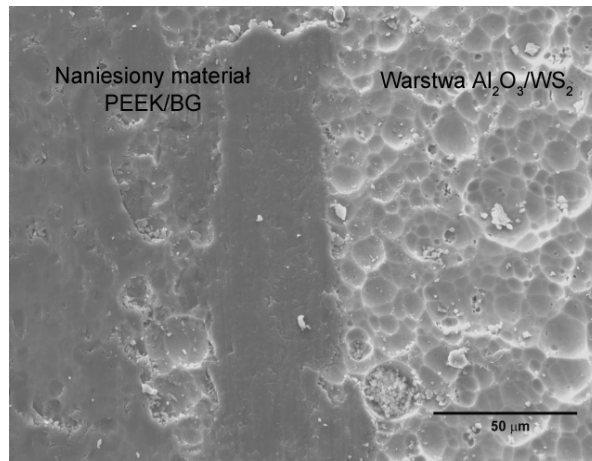
Table 2. The amplitude parameters of surface geometrical structure of counter-specimen before tribological test

Nazwa	Parametry amplitudowe SGP					
	$Sq$ $\mu m$	$Sa$ $\mu m$	$Ssk$	$Sp$ $\mu m$	$Sv$ $\mu m$	$Sz$ $\mu m$
1A	1,17639	0,88475	-1,29064	2,608	7,04	9,648
1B	1,30239	0,988105	-1,19506	3,568	7,344	10,912
1C	1,25611	0,940032	-1,3953	2,736	7,84	10,576
1D	1,27699	0,947413	-1,49572	2,624	7,952	10,576

**Tabela 3. Parametry amplitudowe struktury geometrycznej powierzchni przeciwpróbek po współpracy tribologicznej**

Table 3. The amplitude parameters of surface geometrical structure of counter-specimen after tribological test

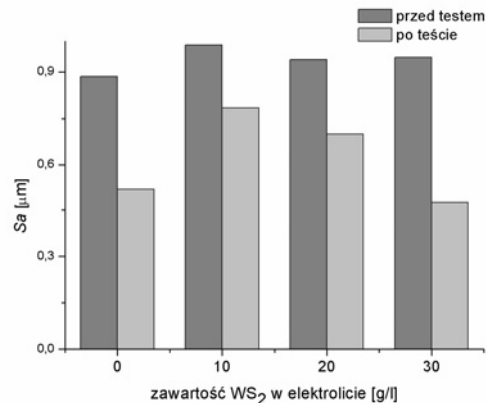
Nazwa	Parametry amplitudowe SGP					
	$Sq$ $\mu m$	$Sa$ $\mu m$	$Ssk$	$Sp$ $\mu m$	$Sv$ $\mu m$	$Sz$ $\mu m$
1A	0,687232	0,51948	-0,82428	3,152	3,712	6,864
1B	1,12464	0,785093	-2,2198	2,24	8,048	10,288
1C	1,07345	0,69881	-2,80883	1,872	9,056	10,928
1D	0,667436	0,477524	-2,26976	1,248	5,84	7,088



**Rys. 2. Obraz SEM powierzchni przeciwpółki 4D z naniesionym materiałem PEEK/BG**

Fig. 2. SEM image of the counter-specimens 4D surface with deposited PEEK/BG material

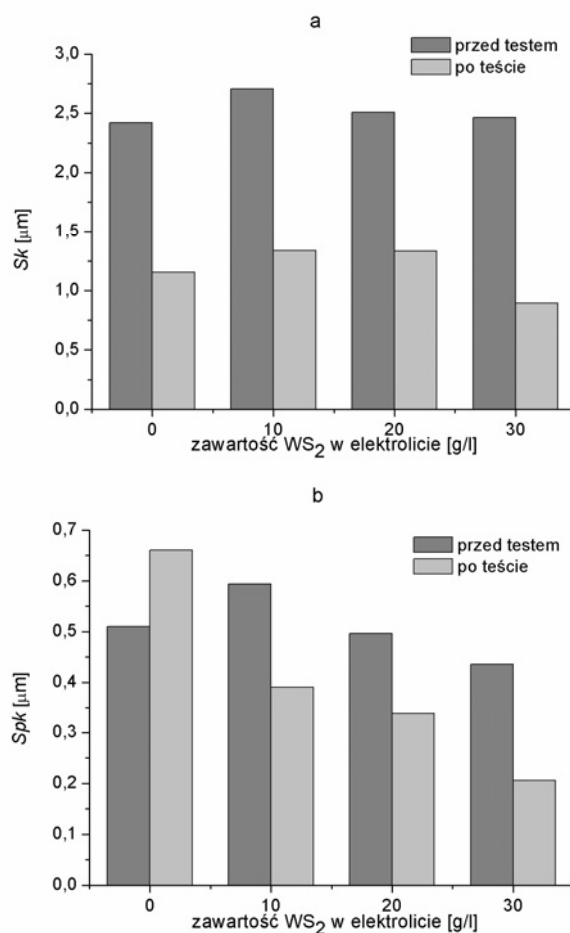
Zmiany parametrów amplitudowych przedstawiono na przykładzie średniego arytmetycznego odchylenia chropowatości  $S_a$  (**Rys. 3**). Zgodnie z wartościami parametru  $S_a$  można przyjąć, iż wyjściowe powierzchnie warstwy tlenkowej  $Al_2O_3$  oraz  $Al_2O_3/WS_2$  charakteryzowały się porównywalną chropowatością, nie wykazując na tym etapie widocznych różnic spowodowanych dodatkiem  $WS_2$  do elektrolitu. Wynik ten koreluje z parametrem  $Sk$  krzywej nośności (**Rys. 4a**).



**Rys. 3. Wykres średniego arytmetycznego odchylenia chropowatości  $S_a$  w zależności od zawartości  $WS_2$  w elektrolicie, przed i po współpracy tribologicznej**

Fig. 3. Diagram of the mean arithmetic deviation of  $S_a$  versus  $WS_2$  contents in electrolyte, before and after tribological test

Współpraca tribologiczna spowodowała dla wszystkich powierzchni obniżenie parametrów  $Sa$  i  $Sk$ , co jest bezpośrednio związane ze stanem powierzchni tlenkowej wynikającej z procesu zużywania tworzywa PEEK/BG i powłoki tlenkowej. Po współpracy tribologicznej z PEEK/BG warstwy  $Al_2O_3/WS_2$  wykazały oczekiwaną tendencję zmniejszenia chropowatości ze wzrostem zawartości  $WS_2$ . Zachowanie takie potwierdzają również parametry krzywej nośności  $Sk$  (**Rys. 4a**) oraz  $Spk$  (**Rys. 4b**).



**Rys. 4. Zależność parametru  $Sk$  (a) oraz  $Spk$  (b) od zawartości  $WS_2$  w elektrolicie, przed i po tarciu tribologicznym**

Fig. 4. Dependence of  $Sk$  parameter (a) and  $Spk$  (b) on  $WS_2$  contents in electrolyte, before and after tribological interaction



Korzyści płynące z zastosowania dodatku  $WS_2$  do elektrolitu potwierdzone zostały również wartościami współczynnika skośności. Wartość współczynnika asymetrii  $Ssk$  dla przeciwpróbek  $Al_2O_3/WS_2$  maleje po współpracy tribologicznej, a dla przeciwpróbki  $Al_2O_3$  nieznacznie rośnie, pozostając jednakże ujemnym (**Tab. 2 i 3**). Charakter zmian parametrów zawartych w tabelach potwierdzają wartości współczynników tarcia badanych skojarzeń.

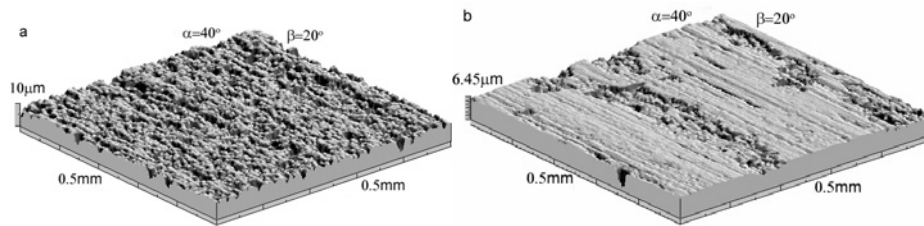
W **Tabeli 4** zestawiono parametry krzywych Abbotta-Firestone'a przed i po współpracy tribologicznej. Parametr  $Sk$  stanowi miarę efektywnej głębokości chropowatości, charakteryzując górną część powierzchni, która szybko ulegnie wytarciu po rozpoczęciu pracy. Mała wartość parametru  $Spk$  jest natomiast miarą dużej odporności na ścieranie, czyli dobrego zachowania się podczas docierania [**L. 7, 8**]. Zgodnie z jego charakterem przedstawionym na **Rys. 4b** dodatek smaru stałego  $WS_2$  do struktury tlenku  $Al_2O_3$  powoduje wzrost odporności powierzchni na ścieranie. Wartości parametru  $Spk$  po współpracy tribologicznej potwierdzają tę zależność.

**Tabela 4. Parametry krzywej Abbotta-Firestone'a przed i po współpracy tribologicznej**

Table 4. Abbote-Firestone curve parameters before and after tribological interaction

Nazwa	$Sk [\mu m]$		$Spk [\mu m]$		$Svk [\mu m]$	
	przed testem	po teście	przed testem	po teście	przed testem	po teście
1A	2,42	1,15	0,51	0,66	2,09	1,14
1B	2,71	1,34	0,59	0,39	2,24	2,47
1C	2,51	1,33	0,50	0,34	2,28	2,44
1D	2,46	0,90	0,43	0,21	2,41	1,35

Na **Rys. 5** przedstawiono strukturę geometryczną powierzchni warstwy tlenkowej  $Al_2O_3/WS_2$  (**Rys. 5a**) oraz warstwy tlenkowej  $Al_2O_3/WS_2$  z naniesionym materiałem PEEK/BG (**Rys. 5b**) dla przeciwpróbki 1D. Spośród badanych powłok przeciwpróbka 1D charakteryzowała się najkorzystniejszymi parametrami tribologicznymi w skojarzeniu ślizgowym z tworzywem PEEK/BG, co potwierdzają wyniki analizy stereometrycznej ww. powłoki tlenkowej.



**Rys. 5. Obraz izometryczny (3D) warstwy tlenkowej  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  (a) oraz warstwy tlenkowej  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  z naniesionym materiałem PEEK/BG (b)**

Fig. 5. Isometric image of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  surface layer (a) and  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  surface layer with deposited PEEK/BG material (b)

## WNIOSKI

Przedstawione wyniki badań oraz ich analiza pozwalają stwierdzić, że:

- Istnieje możliwość polepszenia właściwości tribologicznych (obniżenia współczynnika tarcia oraz zmniejszenia intensywności zużycia próbki PEEK/BG), skojarzenia ślizgowego  $\text{Al}_2\text{O}_3$  – PEEK/BG poprzez wprowadzenie proszku  $\text{WS}_2$  do elektrolitu.
- Zmniejszenie chropowatości przeciwpróbek po badaniach tribologicznych wynika z transferu materiału PEEK/BG na powierzchnię przeciwpróbki, jak również uwarunkowane jest zawartością proszku  $\text{WS}_2$  dodawanego do elektrolitu.

## LITERATURA

1. Sawyer G., Blanchet T.: Lubrication of Mo, W, and their Alloys with  $\text{H}_2\text{S}$  gas admixture to room temperature air, *Wear*, 225–229, Part 1, 1999, 581–586.
2. Voevodin A.A., Zabinski J.S.: Nanocomposite and nanostructured tribological materials for space applications, *Composites Science and Technology*, 65, 2005, 741–748.
3. Skoneczny W.: Mechanizm formowania powłoki tlenkowej na aluminium w wyniku obróbki elektrolitycznej, *Inżynieria Powierzchni*, 1, 1999, 35–40.
4. Skoneczny W.: Oxide layers obtained using the electrolytic method on  $\text{AlMg}_2$  aluminum alloy, *Inżynieria Chemiczna i Procesowa*, 20, 1999, 363–373.
5. Skoneczny W., Gołąb A.: Badanie współpracy tribologicznej tworzywa PEEK/BG ze stalą łożyskową, *Zagadnienia Eksploatacji Maszyn*, 4 (152), 2007, 23–35.
6. Skoneczny W., Bara M.: Właściwości tribologiczne tworzywa PEEK/BG w skojarzeniu bezsmarowym z nawęglonym  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Praca zbiorowa pod re-

dakcją Józefa Koszkula i Elżbiety Bociągi. Postęp w przetwórstwie materiałów polimerowych, Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, 2006, 235–243.

7. Oczko K., Liubimov V.: Struktura geometryczna powierzchni, Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów 2003.
8. Wieczorkowski M., Cellary A., Chajda J.: Przewodnik po pomiarach nierówności powierzchni czyli o chropowatości i nie tylko, Politechnika Poznańska, Instytut Technologii Mechanicznej, ZTiSP, Poznań 2003.

**Recenzent:**

**Remigiusz MICHALCZEWSKI**

### **Summary**

**In this article, the authors pay attention to the tribological behaviours of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  layers modified by tungsten disulfide powder. Oxide layers of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  were obtained by using hard anodizing treatment in multicomponent electrolyte of sulphuric acid, oxalic acid and phthalic acid with 10, 20 and 30 g/l  $\text{WS}_2$  addition. PEEK/BG material was the tribological partner for the  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  ceramics layer in reciprocating motion, under lubricant free friction conditions. Measurements were made with a T17 tribological tester. The results of the friction coefficient for the sliding couple and wear intensity of the PEEK/BG material are presented. The geometrical structures of the layers of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  surface before and after tribological interaction were measured using a Talysurf 3D Taylor Hobson profilograph.**

**The obtained results indicate the following:**

- **There is a possibility to improve the tribological properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  layers through the  $\text{WS}_2$  powder addition to the electrolyte.**
- **Decreasing of the roughness of the counter-specimen after tribological interaction is the result of applied sliding film and also the amount  $\text{WS}_2$  powder that was put to the electrolyte.**